

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-258314

(43)Date of publication of application : 22.09.2000

(51)Int.Cl.

G01N 1/28

G01N 1/32

(21)Application number : 11-064979

(71)Applicant : NEC CORP

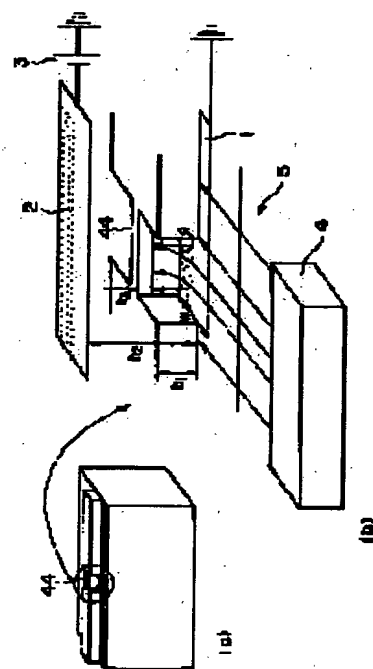
(22)Date of filing : 11.03.1999

(72)Inventor : KUNIMUNE YORINOBU

**(54) SAMPLE-FORMING APPARATUS AND SAMPLE FORMATION METHOD FOR TRANSMISSION TYPE ELECTRON MICROSCOPE****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To effectively remove an amorphous layer without generating deposits again in relation to a sample-forming apparatus for a transmission type electron microscope which removes the amorphous layer generated to the side face of an observation part when forming the thin-filmed observation part by a convergent ion beam apparatus.

**SOLUTION:** In the sample-forming apparatus and sample formation method are provided a first electrode 1 set to a sample face at the side of a base part of an observation part 44 which is formed in a thin film by a convergent ion beam apparatus and maintained at a positive potential, a second electrode 2 spaced to an end face of the observation part and maintained at a negative potential, and an Ar ion beam generator 4 for projecting Ar ion beams towards a side face of the observation part.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 01.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3334665

[Date of registration] 02.08.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 02.08.2005

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-258314

(P2000-258314A)

(43) 公開日 平成12年9月22日 (2000.9.22)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード\* (参考)

G 0 1 N 1/28  
1/32

G 0 1 N 1/28  
1/32

G  
B

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-64979

(22) 出願日 平成11年3月11日 (1999.3.11)

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 国宗 依信

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

(74) 代理人 100097157

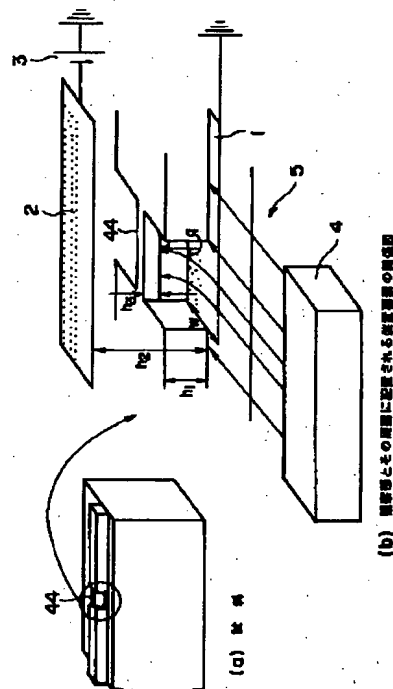
弁理士 桂木 雄二

(54) 【発明の名称】 透過型電子顕微鏡用試料作製装置及び試料作製方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、集束イオンビーム装置により薄膜化した観察部を作製する際にその側面に生成される非晶質層を除去する透過型電子顕微鏡用試料作製装置に関し、再デポを生じさせないで有効に非晶質層を除去する。

【解決手段】 集束イオンビーム装置により薄膜化形成した観察部44の基部側の試料面に設けられ、正の電位に維持される第1電極1と、前記観察部の端面との間に間隙をおいて配置され、負の電位に維持される第2電極2と、前記観察部の側面に向けてA r イオンビームを照射するA r イオンビーム発生器4とを備えていることを特徴とする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 透過型電子顕微鏡の試料を集束イオンビーム装置により薄膜化形成するための装置において、前記薄膜化された試料の観察部側面に平行に電界を印加するための電界印加手段と、前記試料の観察部側面に向けて Ar イオンビームを照射するための Ar イオンビーム発生手段とを備えることを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製装置。

【請求項 2】 集束イオンビーム装置により薄膜化形成した観察部の基部側の試料面に設けられ、相対的に正の電位に維持される第 1 電極と、前記観察部の端面との間に間隙をおいて配置され、相対的に負の電位に維持される第 2 電極と、前記観察部の側面に向けて Ar イオンビームを照射する Ar イオンビーム発生器とを備えていることを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製装置。

【請求項 3】 請求項 2 に記載の透過型電子顕微鏡用試料作製装置において、前記観察部の基部側の試料面に沿った両側において観察部を挟んで対向配置され、交流電圧が印加される第 3 電極を更に備えることを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製装置。

【請求項 4】 透過型電子顕微鏡の試料を集束イオンビーム装置により薄膜化形成する試料作製方法において、前記薄膜化された試料の観察部側面に平行に電界を印加し、前記試料の観察部側面に向けて Ar イオンビームを照射することを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製方法。

【請求項 5】 集束イオンビーム装置により薄膜化形成した観察部の側面に、前記観察部の基部側の試料面から前記観察部の端面に向かう直流電界を印加し、前記観察部の側面に向けて Ar イオンビームを照射することを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製方法。

【請求項 6】 請求項 5 に記載の透過型電子顕微鏡用試料作製方法において、前記観察部の側面に、前記直流電界と交差する向きに交流電界を印加することを特徴とする透過型電子顕微鏡用試料作製方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明が属する技術分野】 本発明は、集束イオンビーム装置により薄膜化した観察部を作製する際にその側面に生成される非晶質層を除去する透過型電子顕微鏡用試料作製装置及び試料作製方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 集束イオンビーム装置 (Focused Ion Beam; 以下「FIB」という) は、透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy; 以下「TEM」という) で試料の特定の位置の断面 (例えば、不良である

ことがわかっているトランジスタの断面等) を見たい場合に、その試料の見たい部分を TEM で観察できる程度に薄膜化するのに広く用いられている。

【0003】 図 4 は、FIB を用いて TEM 用試料を作製する通常の手順を示す。図 4 (a) ; まず、ウェハー中から観察箇所 41 を含んだ所望の部分を切り出し、所定形状の試料 42 を作製する。図 4 (b) ; 次に、ダイサーを用いて、試料 42 の表面を観察箇所 41 を含んだ 30  $\mu$ m 程度の幅の領域を残して削り落とし、試料 42 の表面に FIB 加工部 43 をレール状に突設形成する。図 4 (c) ; 次いで、FIB により、観察箇所 41 を含む所定領域を TEM 観察に適する程度にまで削り取って薄膜化し、観察部 44 を形成する。図示例では、観察部 44 は、FIB 加工部 43 の途中が括れて H 状になった部分として示してある。TEM の電子線は、観察部 44 の側面を透過する。

【0004】 このとき、仕上げ加工時 (観察部 44 の形成時) では、30 kV 程度の高エネルギーの Ga イオンを試料に照射するため、Si (シリコン) ような結晶性の試料の場合には、観察部 44 の側面に 20 nm 程度の非晶質層が形成されてしまうことがわかっている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 そうすると、Si では、通常、TEM 観察を行うには、100 nm 程度にまで薄膜化する必要があるが、その 100 nm のうち 40 nm が非晶質層となるので、元々の試料の状態を反映しないおそれがある。

【0006】 この問題を解決するために、従来、いくつかのアプローチが試みられている。まず、第 1 の試みは、非晶質層のエッチングレートが結晶層よりもずっと早いようなエッチング液でエッチングする方法である。しかし、この方法では、試料が複数の材料で構成されている場合には有効でないという問題がある。

【0007】 次に、第 2 の試みは、仕上げ加工時の Ga イオンのエネルギーを低くすることである。しかし、この方法では、確かに非晶質層の厚さは減るが、Ga イオンビームの発散角が増しビームが絞れず切り口がシャープにならないという問題がある。

【0008】 また、第 3 の試みは、観察部 44 形成後、4 kV 程度の Ar イオンビームを上方から観察部 44 の端面に向けて照射し、非晶質層を取り除く方法である。しかし、この方法では、Ar が観察部 44 の基部側の水平な試料面にぶつかり Si が削れ、その削れた Si が観察部 44 の側面に堆積してしまう、いわゆる再デボが生ずるという問題がある。

【0009】 以上のように、FIB 加工により生成される非晶質層を有効に取り除く技術は、未だ、確立されていないのが実状であり、開発が望まれている。

【0010】 本発明の目的は、第 3 の試みに改良を加えて、再デボを生じさせないで有効に非晶質層を除去した

観察試料を作製できる透過型電子顕微鏡用試料作製装置を提供することにある。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の発明に係る透過型電子顕微鏡用試料作製装置は、透過型電子顕微鏡の試料を集束イオンビーム装置により薄膜化形成するための装置において、前記薄膜化された試料の観察部側面に平行に電界を印加するための電界印加手段と、前記試料の観察部側面に向けてA r イオンビームを照射するためのA r イオンビーム発生手段とを備えることを特徴とする。

【0012】請求項1に記載の発明によれば、観察部の側面に向けて照射されるA r イオンビームは、観察部の側面に平行に印加される電界により、観察部の側面に近づくに伴い軌道が曲げられ、観察部側面にある入射角で衝突する。その結果、観察部の側面に生成されていた非晶質層が削り取られる。このとき、電界の向きを適切に設定すれば、いわゆる再デボを生じないようにできる。

【0013】請求項2に記載の発明に係る透過型電子顕微鏡用試料作製装置は、集束イオンビーム装置により薄膜化形成した観察部の基部側の試料面に設けられ、正の電位に維持される第1電極と、前記観察部の端面との間に間隙をおいて配置され、負の電位に維持される第2電極と、前記観察部の側面に向けてA r イオンビームを照射するA r イオンビーム発生器とを備えていることを特徴とする。

【0014】請求項2に記載の発明によれば、第1電極と第2電極により観察部に形成される電界は、基部側から端面に向けて形成される。したがって、観察部の側面に向けて照射されるA r イオンビームは、第1電極と第2電極との間に形成される電界により、観察部の側面に近づくに伴い基部側から端面側に向けて加速され、軌道が曲げられ、観察部側面にある入射角で衝突する。その結果、観察部の側面に生成されていた非晶質層が削り取られる。このとき、A r イオンビームは、観察部の基部側の試料面に衝突しないので、いわゆる再デボが生ずることはない。

【0015】請求項3に記載の透過型電子顕微鏡用試料作製装置は、請求項1に記載の透過型電子顕微鏡用試料作製装置において、前記観察部の側面に沿った両側において観察部を挟んで対向配置され、交流電圧が印加される第3電極を更に備えることを特徴とする。

【0016】請求項3に記載の発明によれば、A r イオンビームの進行方向とほぼ直交する向きに、交流電界が印加されるので、A r イオンビームは、進行方向とほぼ直交する面内で往復動させられる。その結果、観察部の側面に生成されていた非晶質層がむらなく削り取られる。

【0017】請求項4に記載の発明に係る透過型電子顕微鏡用試料作製方法は、透過型電子顕微鏡の試料を集束

イオンビーム装置により薄膜化形成する試料作製方法において、前記薄膜化された試料の観察部側面に平行に電界を印加し、前記試料の観察部側面に向けてA r イオンビームを照射することを特徴とする。

【0018】請求項5に記載の発明に係る透過型電子顕微鏡用試料作製方法は、集束イオンビーム装置により薄膜化形成した観察部の側面に、前記観察部の基部側の試料面から前記観察部の端面に向かう直流電界を印加し、前記観察部の側面に向けてA r イオンビームを照射することを特徴とする。

【0019】請求項6に記載の発明に係る透過型電子顕微鏡用試料作製方法は、請求項5に記載の透過型電子顕微鏡用試料作製方法において、前記観察部の側面に、前記直流電界と交差する向きに交流電界を印加することを特徴とする。

#### 【0020】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態を図面を参照して説明する。

【0021】図1は、本発明の第1実施形態の透過型電子顕微鏡用試料作製装置の構成例である。本第1実施形態は、請求項1、2、4、5に対応する。図1において、観察部44は、前述したようにFIBにより薄膜化形成されたものである(図1(a))。本第1実施形態の透過型電子顕微鏡用試料作製装置は、図1(b)に示すように、下部電極1と、上部電極2と、直流電源3と、低加速A r イオンビーム発生器4とで構成される。この試料作成装置は、FIBの付加装置である。

【0022】上部電極2は、金属薄膜からなり、XYテーブルのステージにより観察部44の端面から上に数十 $\mu\text{m}$ (例えば40 $\mu\text{m}$ )離れた位置に配置される。この上部電極2は、直流電源4の負極に接続され、直流電源4の正極は、アースされる。

【0023】下部電極1は、FIBに付設されている金属(タングステンやプラチナ)を成膜する機能を用いて観察部44の基部側における水平な試料面に直接成膜してある。このとき、下部電極1をアースに接続する引き出し線も同時に形成されるが、下部電極1及び引き出し線と試料との間を絶縁するために、試料全面に絶縁性の膜を薄く堆積させた上に、下部電極1及び引き出し線を形成する。なお、絶縁性の膜には、例えば、メタンとエチレンのプラズマ重合膜を用いた。

【0024】低加速A r イオンビーム発生器4は、観察部44の側面に向けてA r イオンビームを照射するように配置されるが、A r イオンビームのエネルギーを、数十eV~数百eVの間で可変できる。

【0025】以上の構成と請求項との対応関係は、次のようになっている。電界印加手段には、下部電極1、上部電極2が対応する。また、第1電極には、下部電極1が対応し、第2電極には、上部電極2が対応する。A r イオンビーム発生手段、A r イオンビーム発生器には、

低加速Arイオンビーム発生器4が対応する。

【0026】以下、本第1実施形態の動作を図1、図2を参照して説明する。なお、図2は、Arイオンビームが観察部の側面に衝突するまでの軌跡を示す。

【0027】図において、下部電極1は、アースされる。一方、直流電源3は、正極がアースされ、負極が上部電極2に接続される。つまり、下部電極1は、上部電極2に対して正電位に維持されるので、両電極間に生ずる電界の向きは、下部電極1から上部電極2に向かう方向である。

【0028】したがって、低加速Arイオンビーム発生器4が出力するArイオンビーム5は、最初は観察部44の側面に垂直な方向に飛来しているが、下部電極1の奥行きWの間では上向きの電界により加速され、軌跡が上向きに湾曲する。

【0029】その結果、図2に示すように、観察部44の端面から下に幅h3降った高さまではArイオンビーム5が衝突するが、それ以下では衝突しないようにできることが推測できる。これにより、観察部44の余計な部分を仕上げ加工せずに済み、薄膜化による試料強度の低下の度合いを下げることができる。

【0030】さて、Arイオンビームが幅h3の領域にのみ衝突し、その非晶質層を除去するには、Arイオンビームの衝突時のエネルギーV1と入射角qを制御する必要がある。これらは、次のようにして求めることができる。

【0031】h1を下部電極1と観察部44の端面との間の距離、h2を上下電極間の距離、Vを直流電源3の電圧とすれば、Arイオンビームの初期エネルギーV0は、

$$V0 = V1 \sin^2 q \quad \dots (1)$$

下部電極1の奥行きwは、

$$W = 2 \tan q (h1 - h3) \quad \dots (2)$$

両電極間の印加電圧Vは、

$$V = V1 \cos^2 q (h2 / (h1 - h2)) \quad \dots (3)$$

という関係式が成り立つので、これらの関係式に、Arイオンビームの初期エネルギーV0、下部電極1の奥行きW、両電極間の印加電圧Vを指定すれば、所望の幅h3、Arイオンビームの衝突時のエネルギーV1、入射角qが得られる。

【0032】例えば、両電極間の距離を50μmとしたときに、衝突時のエネルギーV1=2kVのArイオンビームを入射角q=10°でh3=5μmの幅に入射させたいときは、Arイオンビームの初期エネルギーV0を60eV、両電極間電圧Vを19.4kV、下部電極1の奥行きWを1.8μmとすればよい。この設定例において、Siの場合で、通常のFIB加工の際(Ga、30kV)には、20nm程度が非晶質化するのに対し、本実施形態では、非晶質層の膜厚を半分以下に抑えることができる。

【0033】このように、本第1実施形態の試料作成装

置では、観察部44の周辺に可変の強電界をかけた状態でArイオンビームを照射し、再デボを生じさせないで非晶質層を除去できるのであり、Arイオンビームの入射エネルギー、入射角度、照射領域を任意に設定することができる。

【0034】次に、図3は、本発明の第2実施形態の透過型電子顕微鏡用試料作成装置の構成例である。本第2実施形態は、請求項1、3、6に対応する。本第2実施形態の試料作成装置は、前述した第1実施形態の下部電極1及び上部電極2に加えて、電極7、8を、観察部44の基部側の試料面に沿った両側において観察部44を挟んで対向配置したものである。両電極は、交流電源9に接続される。したがって、電極7、8は、電界印加手段、第3電極に対応する。

【0035】以下、本第2実施形態の動作を図3を参照して説明する。電極7、8の存在により、Arイオンビームの進行方向とほぼ直交する向きに交流電界が印加されるので、Arイオンビームは、進行方向とほぼ直交する面内で左右方向に往復動させられる。これにより、Arイオンビームの軌道が周期的に曲げられ、下部電極1及び上部電極2による電界が加わってイオン源が回転しているのと同じ状況となる。

【0036】同じ方向からArイオンビームを観察部44に入射し続けると、削れ方にむらができることがあるが、本第2実施形態では、そのようなことをなくすことができる。なお、交流電源9は、例えば0.2Hz程度の低周波の交流電源である。

【0037】

【発明の効果】以上説明したように、請求項2に記載の発明によれば、観察部の側面に向けて照射されるArイオンビームは、第1電極と第2電極との間に形成される、第1電極から第2電極に向かう電界により、観察部側面に、ある入射角で衝突するので、観察部の側面に生成されていた非晶質層をいわゆる再デボを生ずることなく削り取ることができる。このとき、照射角度、エネルギー、照射領域を任意に設定できるので、薄膜化による試料強度の低下の度合いを下げることができる。

【0038】請求項3に記載の発明によれば、Arイオンビームは、進行方向とほぼ直交する面内で往復動させられるので、観察部の側面に生成されていた非晶質層をむらなく削り取ることができる。

【0039】以上要するに、本発明によれば、FIB加工の際に生成される非晶質層を有効に取り除くためにFIB装置に付加する装置として、Arイオンビームの軌道を電界により曲げるにより、イオンミリングを行う機能を備えた透過型顕微鏡用試料作成装置及び試料作成方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施形態の透過型電子顕微鏡用試料作成装置の構成例である。(a)は、試料外観図であ

る。(b)は、(a)の観察部とその周囲に配置される装置要素との関係図である。

【図2】発生電界とArイオンビームとの関係を示す模式図である。

【図3】本発明の第2実施形態の透過型電子顕微鏡用試料作成装置の構成図である。

【図4】透過型電子顕微鏡用試料の作成手順の説明図である。(a)は、試料の切り出し、(b)は、FIB加工部の形成、(c)は、観察部の形成をそれぞれ示す。

【符号の説明】

1 下部電極

\* 2 上部電極

3 直流電源

4 低加速Arイオンビーム発生器

5 Arイオンビーム

7, 8 電極

9 交流電源

41 観察箇所

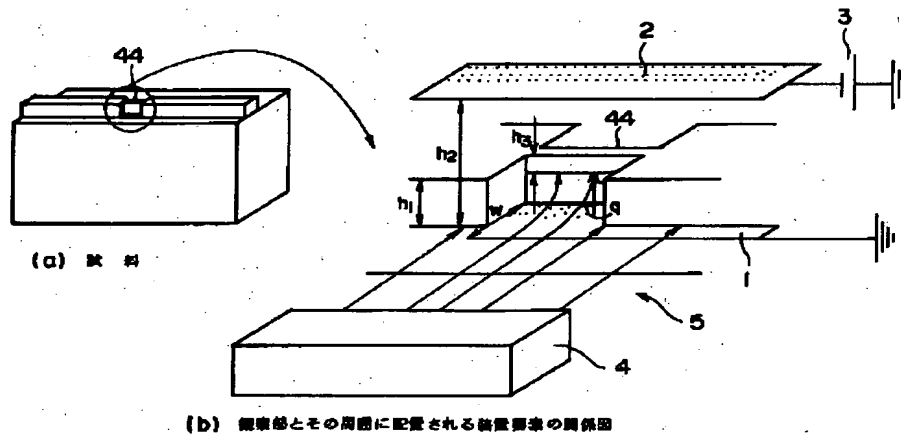
42 試料

43 FIB加工部

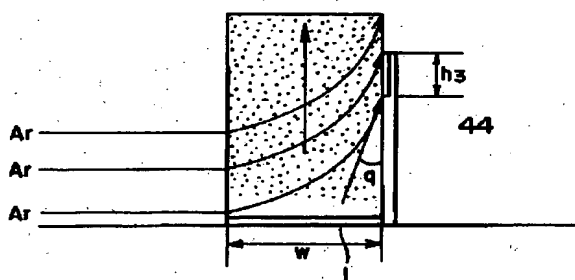
10 44 観察部

\*

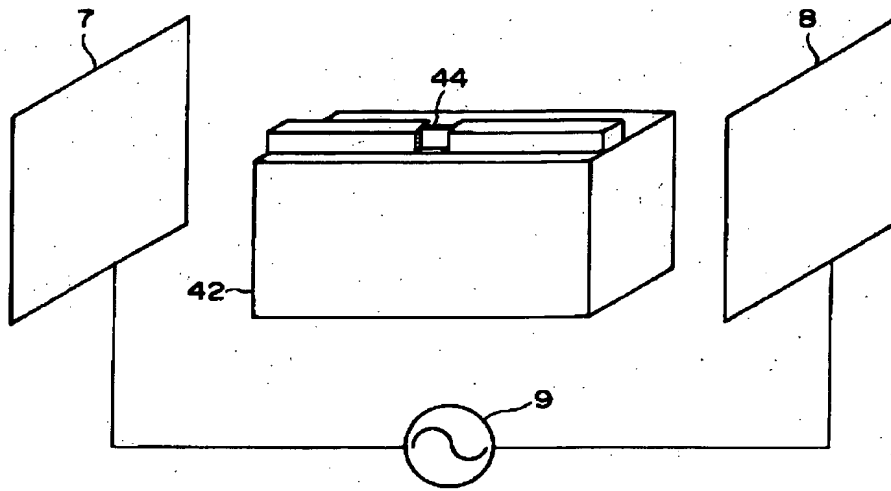
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

